

Helsinki 17.9.2003

14 DEC 2004

TA103/00522  
10/518006

RECD 07 OCT 2003

WIPO PCT

E T U O I K E U S T O D I S T U S  
P R I O R I T Y D O C U M E N T



Hakija  
Applicant

Liekki Oy  
Lohja

Patentihakemus nro  
Patent application no

20021269

Tekemispäivä  
Filing date

28.06.2002

Kansainvälinen luokka  
International class

C03B

Keksinnön nimitys  
Title of invention

**"Menetelmä seostetun lasimateriaalin valmistamiseksi"**

Täten todistetaan, että oheiset asiakirjat ovat tarkkoja jäljennöksiä Patentti- ja rekisterihallitukselle alkuaan annetuista selityksestä, patenttivaatimuksista, tiivistelmästä ja piirustuksista.

This is to certify that the annexed documents are true copies of the description, claims, abstract and drawings originally filed with the Finnish Patent Office.

**PRIORITY DOCUMENT**  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH  
RULE 17.1(a) OR (b)

*Markketa Tehikoski*  
Markketa Tehikoski  
Apulaistarkastaja

Maksu 50 €  
Fee 50 EUR

*Maksu perustuu kauppa- ja teollisuusministeriön antamaan asetukseen 1027/2001 Patentti- ja rekisterihallituksen maksullisista suoritteista muutoksineen.*

*The fee is based on the Decree with amendments of the Ministry of Trade and Industry No. 1027/2001 concerning the chargeable services of the National Board of Patents and Registration of Finland.*

Osoite: Arkadiankatu 6 A Puhelin: 09 6939 500 Telefax: 09 6939 5328  
P.O.Box 1160 Telephone: + 358 9 6939 500 Telefax: + 358 9 6939 5328  
FIN-00101 Helsinki, FINLAND

**Best Available Copy**

## MENETELMÄ SEOSTETUN LASIMATERIAALIN VALMISTAMISEKSI

Keksinnön kohteena on oheisen patenttilaataimukseen 1 johdanto-osan mukainen menetelmä seostetun, erityisesti valoa vahvistavissa optisissa aaltojohteissa käytettävän lasimateriaalin valmistamiseksi.

Eräs seostettujen lasimateriaalien tärkeä käyttökohde ovat valoa vahvistavat aaltojohteet, esimerkiksi aktiivivalokuidut, joiden valoa vahvistavat ominaisuudet perustuvat stimuloidun emission hyväksi-käytöön. Stimuloidun emission mahdollistamiseksi aktiivivalokuidun ytimen, ja mahdollisesti myös ydintä ympäröivän kuorikerroksen lasimateriaalia seostetaan seosteinellä (engl. dopant), jolna käytetään harvinaisia maamctalleja, esimerkiksi erbiumia. Valokuitujen lisäksi seostettuja lasimateriaaleja voidaan käyttää myös erilaisissa optisissa tasoaaltojohteissa (engl. planar waveguides).

Aktiivivalokuituja valmistetaan vetämällä lasia valokuiduksi kuituaihiosta (engl. fiber preform), joka kuiluaihio voidaan saada aikaan useammalla erilaisella tavalla. Eräs yleisesti käytetty tapa kuituaihion valmistamiseksi on kasvattaa lasimateriaalia luurriani (engl. mandrel) tai vastaavan pyöriväksi järjestetyn substraatin ympärille liekkihydrolyysipinnoituksella FHD (engl. flame hydrolysis deposition). Kun em. kasvatus suoritetaan kuituaihion ulkokehältä käsin puhutaan tässä yhteydessä usein myös ns. OVD-menetelmäslä (engl. outer vapour deposition). FHD-menetelmää sovelletaan myös optisissa tasoaaltojohteissa tarvittavien lasikerrosten muodostamiseksi tasomaiselle substraatille.

FHD-menetelmässä käytetään termisenä reaktorina tyypillisesti vety-happi-lickkila ja lasimateriaalin valmistuksessa käytettävät lasia muodostavat perusalneet, esimerkiksi pil- tai germaniumtetrakloridi ohjataan polttimelle ja liekkiin tyypillisesti höyrymäisessä (engl. vapour) muudussa. Lasimateriaalin seosteaineet, kuten esimerkiksi erbium, ohjataan polttimelle ja liekkiin tyypillisesti kantokaasun mukana höyrynä tai aerosolipisaroina, jotka on muodostettu seostealheita sisältävästä nesteestä vastaavasti joko höyristämällä tai sumuttamalla.

Vaihtochoisesti hakijan kehittämän ratkaisun mukaisesti seostaineet voidaan ohjata alha polttimelle saakka nestemäisinä ja pirkottaa (engl. atomize) aerosolipisaroiksi esimerkiksi vetyvirtausta käyttäen vasla liekin välittömässä läheisyydessä. Tästä menetelmästä, jota kuvataan tarkemmin esimerkiksi hakijan aikaisemmassa WO-julkaisussa 00/20346 ja jota voidaan pitää perinteisen FHD-menetelmän jatkoehitelmänä, käytetään jäljempänä nimitystä nesteliikkiruiskutus (engl. liquid flame spraying).

5 10 FHD- lai nesteliikkiruiskutusmenetelmässä termisenä reaktorina toimivassa liekissä porusaineista ja seostaineista muodostuu edelleen aerosolihiukkasia, jutka aerosolihiukkaset ohjautuvat pinnointettavalle substraatille muodostaen seostettua huokoista lasimateriaalipinnoitetta. Nämä aerosolihiukkasia käytetään englanninkielisessä kirjallisuudessa usein nimitystä "glass soot". Kun sopiva pinnoitokorros huokoista lasimateriaalia on saatu kasvattaa tuurnan tai muun substraatin pääälle, sintrataan em. pinnoitekerros tiiviiksi lasiksi lämpökäsitelemällä substraatti sopivassa korkeassa lämpötilassa.

15 20 Tunnetaan myös ns. nesteseostusmenetelmä (engl. solution doping), jossa pelkistä perusaineista kasvatettu seostamaton kultauhio kastetaan seostaineita sisältävään liuokseen vasta kuituaihion kasvatuksen jälkeen ennen kuituaihion sintraamista.

25 30 Harvinaiset maametallit liukenevat sinällään huonosti kvartsilasiin ja vaativat, että esimerkiksi  $SiO_2$ -pohjaisen lasin rakennetta on muutettu lisäämällä lasiin sopivaa oksidia. Tarkoitukseen soveltuvia oksideja ovat esimerkiksi  $Al_2O_3$ ,  $La_2O_3$ ,  $Yb_2O_3$ ,  $GeO_2$  tai  $P_2O_5$ . Edullisimmin tämä oksidi on alumiiniloksi  $Al_2O_3$ , joka samalla saa aikaan lasin taitekertoimen kasvun.

35 Seostettaessa valokuidun ( tai muun aaltojohteen) ydintä harvinaisella maametallilla, saadaan alumiiniloksiin avulla samalla aikaan ytimen taitekertoimen kasvu suhtecissa kuorikerrokseen, mikä on tarpeen valokuidun tolmintaperiaalleen toteutumiseksi. Hakijan nesteliikkiruiskutusmenetelmässä alumiini lisätään pirkottamalla liekkiin sopivan nesteeseen liuotettua alumiinikloridia. Tarkoitukseen

3

soveltuvia nesteitä ovat esimerkiksi vesi, orgaaniset liuottimet kuten etanol, metanol, aseton tai edellisten seokset. Harvinaisille maametalleille, kuten erbium käytetään vastaavasti nesteeseen liuotettuja nitraali- tai kloridipohjaisia lähteitä.

5

Edellä kuvaluilla menetelmällä tapahtuvassa kasvatuksessa seostettaessa silikaatti/aluminialasia harvinaisilla maametalleilla, on eräänä ongelmana seosteaineiden epähomogeeninen jakautuminen lasipinnoitetta muodostaviin aerosolihlukkasiin. Tämä aiheutuu mm.

10

seosteaineiden taipumuksesta parinmuodostukseen. Kemiallisessa tasapainossa erbium ei liukene mainituissa materiaalissa yksittäisinä ioneina erillään toisistaan. Kaasufaasissa erbium pyrkii hapettumaan muotoon  $Er_2O_3$  ja kiinteässä taasissa erbium pyrkii alumiinin kanssa tyypillisesti faasisysteemiin  $Al_5Er_2O_{12} + Al_2O_3$ . Toisin sanoen alumiinin kanssa erbium pyrkii esiintymään klusteroituneena omissa faaseissaan. Vaikka tilanne lasimaisessa silika/alumina sysleemissä onkin edellä kuvattua monimutkaisempi, antaa edellä esitetty tarkastelu käsityksen erblumin käyttäytymisestä.

15

20 Eritylisesti nesteliikkimenetelmää käytettäessä suuri osa alumiinista ja valtaosa erblumista pyrkii jäämään nestemäisen aerosolipisarasta sen liokissä "kulvuessa" syntyvään kiinteään jäännöshiukkaseen, jossa em. aineiden hapettuminen lasla muodostaviksi oksideiksi tapahtuu. Tästä johtuen processissa syntyvä kultualho sisältääkin tyypillisesti ainakin

25

kahdenlaisia "glass soot"-hlukkasia. Ensinnäkin höyrymäisistä perusaineista kondensoitumisen ja sitä liekissä seuraavan hahlumiisen/kuivumisen kautta syntyyneitä pienikokoisia Si-pitoisia (tai Ge-pitoisia) hiukkasia. Toiseksi näitä Si-hiukkasia tyypillisesti suurempikokoisia alumiini- ja erblumipitoisia jäännöshiukkasia. Näistä erityyppisistä hlukkasista johtuen lasimateriaalissa esilintyy taipumusta kiteytymiseen lasimateriaalia sintrallaessa.

30

35 Sintrauksen aikana osa kileislä saattaa myös sulaa, mikä parantaa lasimateriaalin homogenisuutta. Vaarana on kuitenkin se, että varsinkaan suurimpin jäännöshiukkasiin jääneet seosteaineet eivät kuitenkaan tällöinkään täysin liukene lasiin, jolloin pienessä mittakaavassa tarkasteltuna seurauksena on seosteaineiden

epähomogeeninen jakautuminon paikallisesti lasimateriaalissa. Tämä heikentää lasin valoa vahvistavia ominaisuuksia.

5 Toisaalta esimerkiksi piikkikolle kasvatetun tasoaltojohteen tapauksessa sintrauksessa käytettävät lämpötilat ovat rajoitetumpia kuin valokuidulle tarkoilelun kuituaihion tapauksessa. Tällöin valmiiseen lasikalvoon jää sintrauksen jälkeenkin väistämättä sirontaa aiheuttavia el-toivottuja kileitä ja lasimateriaalin epähomogeenisesta koostumuksesta johtuen myös lasin valoa vahvistavat ominaisuudet 10 ovat epäideaaliset.

15 Kaikissa sellaisissa prosesseissa, jossa "glass cool"-hiukkaset ja erityisesti seosteaineita sisältävät hiukkaset eivät synny olennaisesti suoraan kaasufaasin kautta kondensoitumalla, vaan välivaiheena ovat suuremmat nestemäiset aerosolipisarat, ongelmana on myös erilaisten epäpuhtauksien jäaminen (kapseloituminen) aerosolipisaroista syntyviin jäähennöshiukkasiin.

20 Nyt käsillä olevan keksinnön pääasiallisena tarkoituksesta on esittää kokonaan uusi monetelmä seostetun lasimateriaalin tuottamiseksi, jolla menetelmällä voidaan välttää teknillän tason mukaisissa prosesseissa ilmeneviä edellä esitettuja ongelmia.

25 Keksinnön tarkoituksesta on siten mahdollistaa aikaisempaa tasalaatuiseemman seostetun lasimateriaalin valmistaminen, jossa lasimateriaalissa ei esiinny haitallista kitoytymistä ja lasin koostumus on myös mikrotasolla aiempaa homogeenisempi. Näin muodostetussa lasimateriaalissa ilmenee siten vähemmän el-toivottua valon sirontaa, joka sironta aiheuttaa ko. lasimateriaalista valmistetuissa valojohteissa valon vaimentumista/häviötä. Lasimateriaalin valoa vahvistavat ominaisuudet saadaan keksinnön avulla myös aiempaa optimaalisemmiksi, jolloin lasimateriaalista saadaan valmistettua aiempaa parempia aktiivivalojohteita, esimerkiksi aktiivivalokuituja.

30 35 Näiden tarkoitusten toteuttamiseksi keksinnön mukaiselle menetelmälle on pääasialla tunnusomaisia se, mikä on esitetty itsenäisen patenttivaatimuksen 1 tunnusmerkkiosassa.

Muissa epäitsenäisissä vaatimuksissa on esitetty eräitä keksinnön edullisia suuritusmuotoja.

5 Keksinnön olennaisena perusajatuksena voidaan pitää sitä, että kaikki seostetun lasimateriaalin valmistuksessa tarvittava lähtöaineet, sekä perusaineet että seostealneet saatetaan aluksi hõyrymäliseen olomuotoon eli kaasufaasiin. Pelkistyneiden ainesosien kondensointi kaasufaasista nestefaastin suoritetaan erittäin nopeasti siten, että kaikki lähtöaineiden sisältämät seostetun lasin muodostuksessa tarvittavat ainesosat saatetaan olennaisesti yhtä aikaa ylikylläsyystilaan, jolloin näin muodostuvien nestepisaroiden, ja niistä välittömästi edelleen muodostuvien klinteiden hiukkasten koostumus saadaan hyvin homogeeniseksi. Hiukkaston homogeenisella koostumuksella tarkoitetaan tässä yhleydessä sitä, että eri hiukkasilla on ensinnäkin keskenään samanlainen koostumus, mutta lisäksi myös sitä, että yksittäisen hiukkasen palkallinen sisäinen koostumus on homogeeninen, eli yksittäisessä hiukkasessa kaikki ainesosat ovat tasaisesti jakautuneet hiukkasen koko tilavuuteen.

10 20 Keksinnön mukaisesti edellä mainittu lähtöaineiden ainesosien nopea kondensoituminen saadaan aikaan joko lähtöaineiden nopealla hapettamisella ja/tai lähtöaineiden kaasuvirtauksen nopealla adiabaattisella laajentamisella.

15 25 Keksinnön mukaiset olosuhteet järjestetään sellaisiksi, että hiukkaset myös kinteytyvät välittömästi kondensoitumisen jälkeen, jolloin kemiaalisia faasitasapainoja ei ehditä saavuttaa.

30 35 Keksinnön avulla seostetusta lasimateriaalista voidaan valmistaa koostumukseltaan alempaa homogenisempaa, jolloin esimerkiksi valoa vahvistavissa ja harvinaisilla maametalleilla seostetulissa lasimateriaaleissa vahvistusomaisuudet saadaan optimoitua tekniikan tasoa paremmiksi. Esimerkiksi erblumia seostealneena käytettäessä keksinnön avulla voidaan estää erblumin klustcroitumista ja erblum saadaan jakautumaan tasaisemmin lasimateriaalin, sopivimmin yksittäisiksi ioniksi. Pihalustaisten tasoaaltojohtedeiden tapauksessa vältytään lasimateriaalin kiteytymisestä johtuvilta ongelmilta ja

## 6

kiteytymiseestä seuraavilta ci-toivotuista siirontaominaisuuksesta. Edelleen keksinnön avulla voidaan välttää sellaisia epäpuhtauksia, jotka teknillän tason prosesseissa pyrkivät kapseloitumaan jäännöshiukkasien sisäosiin.

5

Keksintöä ja sen eräitä edullisia suoritusmuotoja selostetaan seuraavassa tarkemmin, jolloin alan ammattimiehelle käyvät paremminkin selville myös keksinnöillä saavutettavat tärkeimmät edut. Keksintöä selostetaan viittaamalla oheisiin kuviin, joissa

10

kuva 1 esittää periaatteellisena perspektiivikuvantona erästä keksinnön mukaista reaktoria.

15

kuva 2 esittää periaatteellisesti kuvan 1 mukaisen reaktorin poikkileikkausta, ja

kuva 3 esittää periaatteellisena sivukuvantona erästä toista keksinnön mukalista reaktoria.

20

Keksinnön mukaisesti seostetun lasimateriaalin valmistuksessa tarvittavat kalkki lähtöaineet, sekä perusaineet (esimerkiksi Si tai Ge) että seosteaineet (esimerkiksi Al ja harvinaiset maametallit) saatetaan aluksi höyrymälseen olomuuntoon eikä kaasufaasiin mainittujen aineiden lämpötilaa sopivasti kohottamalla ja valitsemalla lähtöaineille kullekin tätä varten sopiva keimillinen koostumus. Lähtöaineiden lämmitys voidaan toteuttaa millä tahansa alan ammattimiehelle sinänsä ilmeisellä tavalla. Lasimateriaalin perusaineena voidaan käyttää esimerkiksi piitetraaktoria  $SiCl_4$  ja seostcainconia aluminiinia ja erbiumpiinia, vilmeksi mainilluja joko nitraatteina tai klorideina. Alumiini ja erbiumin lähteinä käytettävää yhdistettä voidaan esimerkiksi iluottaa sopliviin nesteisiin ja ko. iluoksia lämmillä höyristää edelleen kaasufaasiin. Kaasufaasiin saatettujen lähtöainoiden kuljettamisessa voidaan käyttää apuna sopiavia karilukaasuja.

35

Kaasumaiset ja pelkistyneessä olomuodoissa olevat perus- ja seosteaineet ohjataan seuraavaksi toisiinsa sekoitettuina tai edelleen toisistaan orillisinä kaasuvirtauksina B,D virtauskanavana toimivaan

reaktoriin R pitämällä samalla niiden lämpötila sellaisena, että perus- ja seosteaineet B,D säilyvät höyrymäisissä olomuodoissaan. Perus- ja seosteaineiden keskinäistä suhdetta voidaan säätää kaasuvirtausten B,D keskinäistä suhdetta esimerkiksi säätöventillien, kuten 5 massavirtasäätäjien avulla muuttamalla, tai muulla sopivalla tavoin.

Reaktorissa H perusaineiden kaasuvirtaus B ja seosteaineiden kaasuvirtaus D sekoitetaan (kuvassa 1 kohdassa M) keskenään 10 yhdistäen ne lähtöaineiden kaasuvirtaukseksi BD. Vaihtoehtoliseksi kaasuvirtausten B,D yhdistäminen ja sekoittaminen on voilu suorittaa jo ennen reaktoria H. Alan ammattimiehelle on selvää, että kaasuvirtauksia B,D,DD kuljettavien putkilinjojen ja vastaavien, sekä myös reaktorin R seinämien on edullista olla lämmitettyjä, jotta 15 lähtöaineita ei merkittävissä määrin pääse kondensoitumaan niiden seinämille.

Perus- ja seosteaineiden kaasuvirtausten B,D kuumentamiseen ja sekoittamiseen voidaan tavanomaisten lämmitettyjen putkilinjojen ja kuvan 1 mukaiseen uunimaiseen reaktorin R sijoitettujen 20 sekoitussuuttimion tai vastaavien alan ammattimiehelle ilmeisten ralkaisujen silaan käyttää myös esimerkiksi valokaaren avulla aikaansaataa plasmakaasua, johon kantokaasuna toimivaan plasmakaasuun perus- ja seostealneden kaasuvirtauksia sekoitetaan.

25 Keksinnön erään suoritusmuodon mukaisesti reaktorissa R pelkistyneessä muodossa olevat kuumat ja toisiinsa sekottuneet kaasuvirtauksen BD kaasut/höyryt hapetetaan ja sitten samalla kondensoidaan erittäin nopeasti lasimateriaalia muodostaviksi oksidelksi. Hapetus/kondensointi suoritetaan seillässä lämpötilassa, jossa kaikille lähtöaineille muodostuu moninkertainen ylikylläisyystila. Tällöin kondensaatio tapahtuu salamannopeasti siteri, että kaikki lähtö- ja seosteainekomponenttien ollessa ylikylläisyystilassa kondensoliumisen seurauksena muodostuu pisaroita ja väliillörnäslia edelleen lasihukkasia P, jolden keskinäinen sekä sisäinen koostumus on 30 homogeeninen. Hiukkasten P sisäisellä homogeenisella kooslumiukksella tarkoitetaan tässä yhteydessä sitä, että eri ainesosat ovat tasaisesti jakautuneet hiukkisen koko tilavuuden suhteeseen ilman

35

korroksittaisia tai muunlaisia paikallisesti epähomogeenisia rakenteita. Lähtöaineiden konsentraatioiden suhde hiukkasisa määrätyy olennaisesti sen mukaan, mikä eri lähtöaineiden konsentraatioiden suhde oli kaasufaasissa kaasuvirtauksessa BD ennen kondensoitumista.

Alan ammattimiehelle on selvää, että koska kysymyksessä on lasimainen materiaali, jolla ei ole selkää sulamis- tai kiinteytymislämpötilaa, tulee tormi "kondensoituminen" ymmärtää tässä yhteydessä laajasti. Toisina sanoen kondensoitumisen seurauksena voidaan ymmärtää tilanteesta riippuva muodostuvaksi joko nestemäinen tai kiinteä lasihiukkari.

15 Keksinnön edellä selostetun suoritusmuodon ymmärtämisen kannalta on tärkeää havaita, että lähtöaineiden hapettuneiden muotojen kylläinen höyrynpaine tietystä tarkastellavassa lämpötilassa on merkittävästi alempi kuin vastaavilla pelkistyneillä muodoilla. Tästä johtuen kaasufaasissa olevien lähtöaineiden nopea kondensointi voidaan suorittaa sekoittamalla pelkistyneiden lähtöaineiden 20 kaasuvirtaukseen nopeasti hapettavia kaasuja.

Kuvassa 1 esitetyn keksinnön edullisen suoritusmuodon mukaisesti kondensointi/hapetus suoritetaan johtamalla reaktoriin H voimakkaat hapettavien kaasujen suihkut O, jotka on edullisesti sijoitettu poikittain lähtöaineiden kaasuvirtaukseen BD nähdien. Sopivimmin hapettavien kaasujen suihkuja O on edelleen sijoitettu reaktorin kahdelle vastakkaiselle seinämälle kuvan 2 mukaisesti siten, että vastakkaiset ja reaktorin poikkisuunnassa vierkkäliset kaasusuihkut O ovat sijoittuneet toisiinsa nähdien limittäin. Tämä tehostaa hapettavien kaasujen suihkujen O lähtöaineiden kaasuvirtaukseen BD synnyttämää turbulenssia, joka sekoittaa hapettavat kaasut O ja lähtöalnekaasut BD tehokkaasti keskenään. Hapettavion kaasujen suihkuja O voi olla järjestetty myös useammalle reaktorin R seinämälle, tai ne voivat olla suunnattu suhteessa lähtöaineiden kaasuvirtaukscon BD myös muulla voimakasta turbulenssia ja sekoittumista edistävällä tavoin.

Hapettavina kaasuina voidaan käyttää esimerkiksi happea tai hiilidioksidia. Hapettavat kaasut O voival reaktoriin tullessaan olla samassa lämpötilassa pelkistynessä muodossa olevien lähtöainekaasujen kanssa, toisin sanoen kuumilla. Tällöin kondensaatio aiheutuu pääasiallisesti lähtöaineiden oksideiksi hapettuessaan kokemasta höyrynpaineen muutoksesta. Edullisesti hapettavat kaasut ovat kuilenkin "kymlä", mikä tehostaa ja nopeuttaa kondensaatiota.

Reaktoriin R on järjestetty olosuhteet, joissa lähtöaineiden BD oksidointuminen voi tapahtua reaktiolämpötiloissa, jotka ovat tyypillisesti luokkaa 1000 - 2000 °C. Näissä lämpötiloissa kemiallisten reaktoidon kulun määrää kaasujen sekoittumisnopeus. Käytännössä lähtöaineiden kaasuvirtauksen BD kohdattessa reaktorissa R hapettavien kaasujen suihkut O oksidointuminen tapahtuu näiden kaasuvirtausten välisille rajapinnoille muodostuvissa sekoittumisvyöhykkeissä (reaktiovyöhykkeissä), joiden "paksuus" on tyypillisesti muutaman millimetrin luokkaa. Reaktoria R voidaan käyttää normaalipaineessa, mutta reaktoiden tehostamiseksi reaktorin painetta, lähtökaasujen ja hapettavien kaasujen virtausnopeutta sekä reaktorin lämpötilaa voidaan säätää prosessin optimoimiseksi.

Keksinnön eräässä ja kuvassa 3 periaatteellisesti esitettyssä suoritusmuodossa kondensaatio aiheutetaan lähtöaineiden kaasuvirtauksen BD adiabattiisen laajentamisen avulla. Toisin sanoen lähtöaineiden kaasuvirtaus BD ohjataan esimerkiksi sinänsä hyvin tunnelun ns. Lavallin suuttimen LR läpi. Virtauskanavana ja reaktorina toimivassa Lavallin suuttimessa LR kaasuvirtaus BD voidaan klihdyttää yliäänenopeudelle. Pelkistettyjen lähtöaineiden hapettamisessa tarvittavat hapettavat kaasut O voidaan ohjata lähtöaineiden kaasuvirtaukseen BD esimerkiksi suuttimen LR kapelimmassa osassa, jolloin kaasujen laajentumisesta aiheutuva turbulenssi tehostaa kaasujen sekoittumista. On huomattava, että kuvassa 3 havainnollistarkoituksessa esitetyn Lavallin suuttimen LR muulo ei väittämättä vastaa todellisuudessa käytettävän suuttimen tarkkaa muotoa.

10

Käytettäessä adiabaattista laajentamista saavutetaan lisätuna hiukkasille P suuri nopeus, jota voidaan käyttää hyväksi tehostamaan hiukkasten keräystä substraatille impaktomekanismilä hyödynläen.

5    Sopivalla hapettavien kaasujen valinnalla voidaan estää epäpuhtauksien kondensotumista ja päätymistä hiukkasiin. Hapettavina kaasuina voidaan käyttää esimerkiksi hiilimonoksidin, hiilidioksidin ja veden erilaisia seokseja.

10    Reaktorin R, LR rakenne voi olla uunimainen siten, että reaktorin seinämät ovat lämmitettyjä. Reaktorin materiaalina käytetään edullisesti korkeita lämpötiloja kestäviä materiaaleja, kuten esimerkiksi kvartsia. Reaktorin seinämät voivat osittain tai kokonaan myös huokuisia, jolloin esimerkiksi erilaisia suojakaasuja voidaan ohjata seinämien läpi reaktoriin sisään. Reaktorin R, LR muodostaman virauskanavan poikkileikkauskuksen muoto voi olla suorakalde, ympyrä tai myös joku muu tarkoitukseen sopiva muoto.

15    Perusaineina B seostettuja lasimateriaaloja muodostettacessa voidaan käyttää myös kloorivapaila lähiaineita kuten TEOS (engl. tetraethylortosilicate) tai GEOS (engl. tetrachthoxygermanium) sopivassa muodossa. Seosaineina D voidaan aikaisemmin mainittujen lisäksi käyttää myös muita harvinaisia maametalloja ja lantanideja, kuten esimerkiksi neodyymia, sekä edelleen myös fosforia, hooria ja/tai fluoria.

20    Keksinnön mukaista menetelmää käyttäen muodostetut lasihiuksaset voidaan kerätä tekniikan tason mukaisesti sopivalle substraatille, esimerkiksi pyörivän tuurnan ympärille tai tasomaiselle substraatille, jonka pinnalle näin muodostuva huokoinen lasikerros voidaan myöhemmässä prosessivalheissa sintrata tiiviaksi lasikerrokseksi. Lasihiuksaset voidaan kuitenkin kerätä myös muulla tavoin, esimerkiksi pölymäisenä jauheena, jota voidaan käyttää myöhemmin halutulla tavalla lasikomponenttien valmistuksessa.

25    Alan ammattimiehelle on luonnollisesti selvää, että edellä keksinnön ori suoritusmuotojen yhteydessä esillellyjä toimintatapoja eri tavoin

11

yhdistelmissä voidaan aikaansaada erilaisia keksinnön suoritusmuotoja, jotka ovat keksinnön hengen mukaisia. Tämän vuoksi edellä esitettyjä esimerkkejä ei tule tulkita keksintöä rajoittavasti, vaan keksinnön suoritusmuodot voivat vapaasti vaihdella jäljempänä patenttilaatuimissa esitettyjen keksinnöllisten piirteiden puitteissa.

5 Piirustuksissa on osittyy vain keksinnön periaatteen ymmärtämisen kannalta keskeiset osat ja komponentit, ja on selvää että esimerkiksi reaktorin R,LR lämpötilan ja paineolosuhteiden sekä kaasuvirtausten 10 säätämiseksi tarvitaan tiettyjä alan ammattimiehelle ilmeisiä komponentteja, joita kuvissa ei ole esitetty.

15

L2

12

Patenttivaatimuksset :

1. Menetelmä saostetun, erityisesti valoa vahvistavissa optisissa aaltojohtereissa käytettävän lasimateriaalin valmistamiseksi, jossa menetelmässä lasimateriaalla muodostavat olennaisesti kaikki lähtöaineet, sekä lasimateriaalin perusaineet (B) että seosteaineet (D) saatetaan höyrymälseen pelkistyneeseen olomuotoon kaasutaasiin ja tämän jälkeen reagoimaan keskenään lasihiukkasten (P) muodostamiseksi, tunnettu siitä, että sekoitetaan mainitut 5 höyrymäisessä ja pelkistyneessä olomuodossa olevat lähtöaineet (B,D) yhteen lähtöaineiden kaasuvirtaukseksi (BD), joka kaasuvirtaus (BD) edelleen kondensoidaan nopeasti siton, että lähtöaineiden (B,D) olennaisesti kalkki ainesosat saavuttavat olennaisesti yhtä aikaa ylikyvyläisyyystilan muodostaen lasihiukkasia (P) siton, että kemiallisia 10 faasitasapainoja ei ehditä saavuttaa.
2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, tunnettu siitä, että lähtöaineiden (B,L) nopea kondensointuminen lasihiukkasiksi (P) alkaaansaadaan lähtöaineiden (B,D) nopealla hapettamisella. 15
3. Patenttivaatimuksen 2 mukainen menetelmä, tunnettu siitä, että mainittu lähtöaineiden (B,D) nopea hapetus ja kondensointi aikaansaadaan ohjaamalla lähtöaineiden kaasuvirtaukseen (BD) yksi tai useampia hapettaviai kaasujen suihkuja (O), sopivimmin hapesta ja/tai hiilidioksidista muodostettuja suihkuja. 20
4. Patenttivaatimuksen 3 mukainen menetelmä, tunnettu siitä, että mainittu yksi tai useampi hapettaviai kaasujen suihku (O) ohjataan lähtöaineiden kaasuvirtaukseen (BD) voimakasta turbulenssia ja sekoittumista aiheuttavalla tavalla. 25
5. Patenttivaatimuksen 3 mukainen menetelmä, tunnettu siitä, että lasihiukkasten (P) muodostumieta thostotaan ohjaamalla mainittu yksi tai useampi hapettaviai kaasujen suihku (O) lähtöaineiden kaasuvirtaukseen (BD) mainittua kaasuvirtausta kylmompänä. 30 35

13

6. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, tunnettu siitä, että lähtöaineiden (B,D) nopea kondensoliuminen lasihlukkasiksi (P) alkaansaadaan ja/tai sitä tehostetaan laajentamalla lähtöaineiden kaasuvirtausta (BD) adiabaattisesti.

5

7. Patenttivaatimuksen 6 mukainen menetelmä, tunnettu siitä, että lähtöaineiden kaasuvirtaus (BD) ohjataan Lavallin suuttimen (LR) tai vastaavan lävitse.

10

8. Jonkin edellä esitetyn patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, tunnettu siitä, että lasimateriaalin perusaineena (B) käytetään piin tai germaniumin opäorgaanista tai orgaanista yhdistettä kuten piiletraktoridia, germaniumtetrakloridia, TEOS:ia (engl. tetraethylortosilicato) tai GEOS:ia (engl. tetraethoxygermanium).

15

9. Jonkin edellä esitetyn patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, tunnettu siitä, että lasimateriaalin seostealneena (D) käytetään erbiumia, neodymia, muuta harvinainen maametallia, alumiinia, fosforia, booria ja/tai fluoria.

20

14

Tilvistelmä:

Keksintö kohdistuu menetelmään seostetun, erityisesti valoa vahvistavissa optisissa aaltojohteissa käytettävän lasimateriaalin valmistamiseksi, jossa menetelmässä lasimateriaalia muodostavat olennaisesti kaikki lähtöaineet, sekä lasimateriaalin perusaineet (B) että seostaineet (D) saatetaan höyrymäiseen pelkistyneeseen olomuotoon kaasufaasiin ja tämän jälkeen reagoimaan keskenään lasihiukkasten (P) muodostamiseksi. Keksinnön mukaisesti mainitut höyrymäisessä ja pelkistyneessä olomuodossa olevat lähtöaineet (B,D) sekoitetaan yhteen lähtöaineiden kaasuvirtaukseksi (BD), joka kaasuvirtaus (BD) edelleen kondensoidaan nopeasti siten, että lähtöaineiden (B,D) olennaisesti kaikki ainesosat saavuttavat olennaisesti yhtä aikaa ylikyväisyyssillan muodostaaen lasihiukkasia (P) siten, että kemiallisia faasitasapainoja ei voida saavuttaa.

Fig. 1

L 41

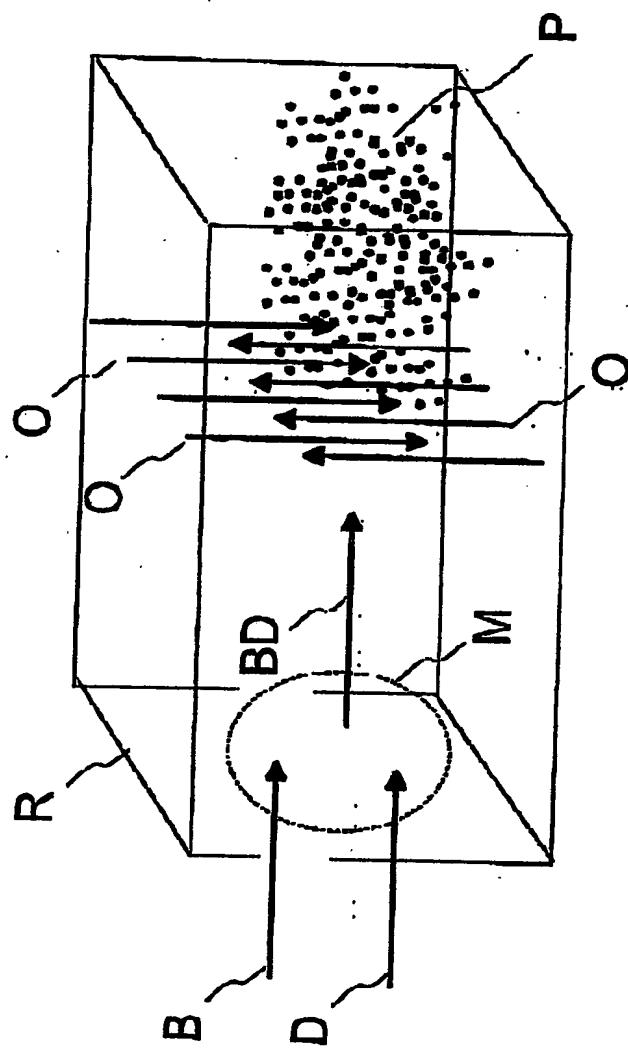


Fig. 1

- 4

2

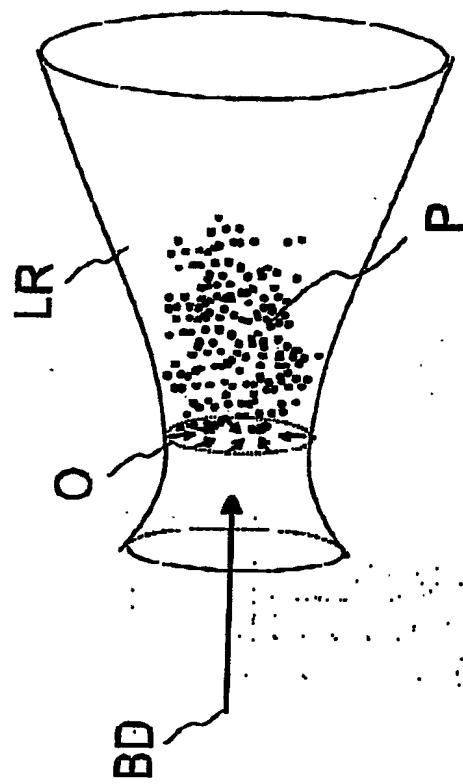


Fig. 3

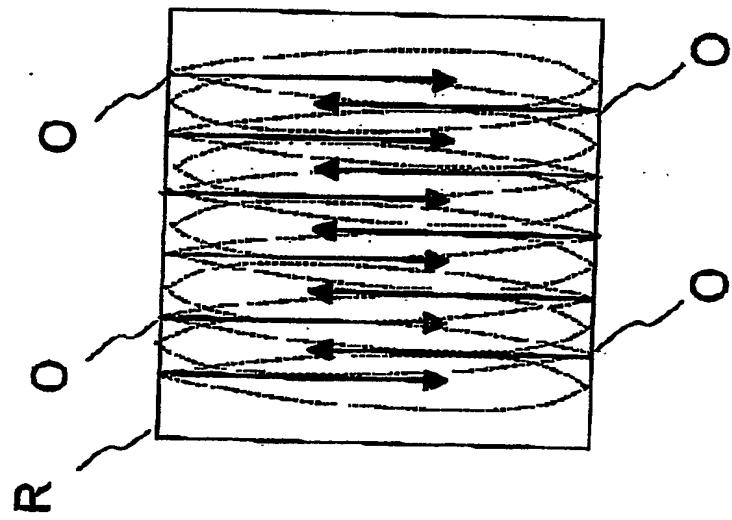


Fig. 2

28/06/02 02 12:51

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- BLACK BORDERS**
- IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- FADED TEXT OR DRAWING**
- BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- SKEWED/SLANTED IMAGES**
- COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- GRAY SCALE DOCUMENTS**
- LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**